

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

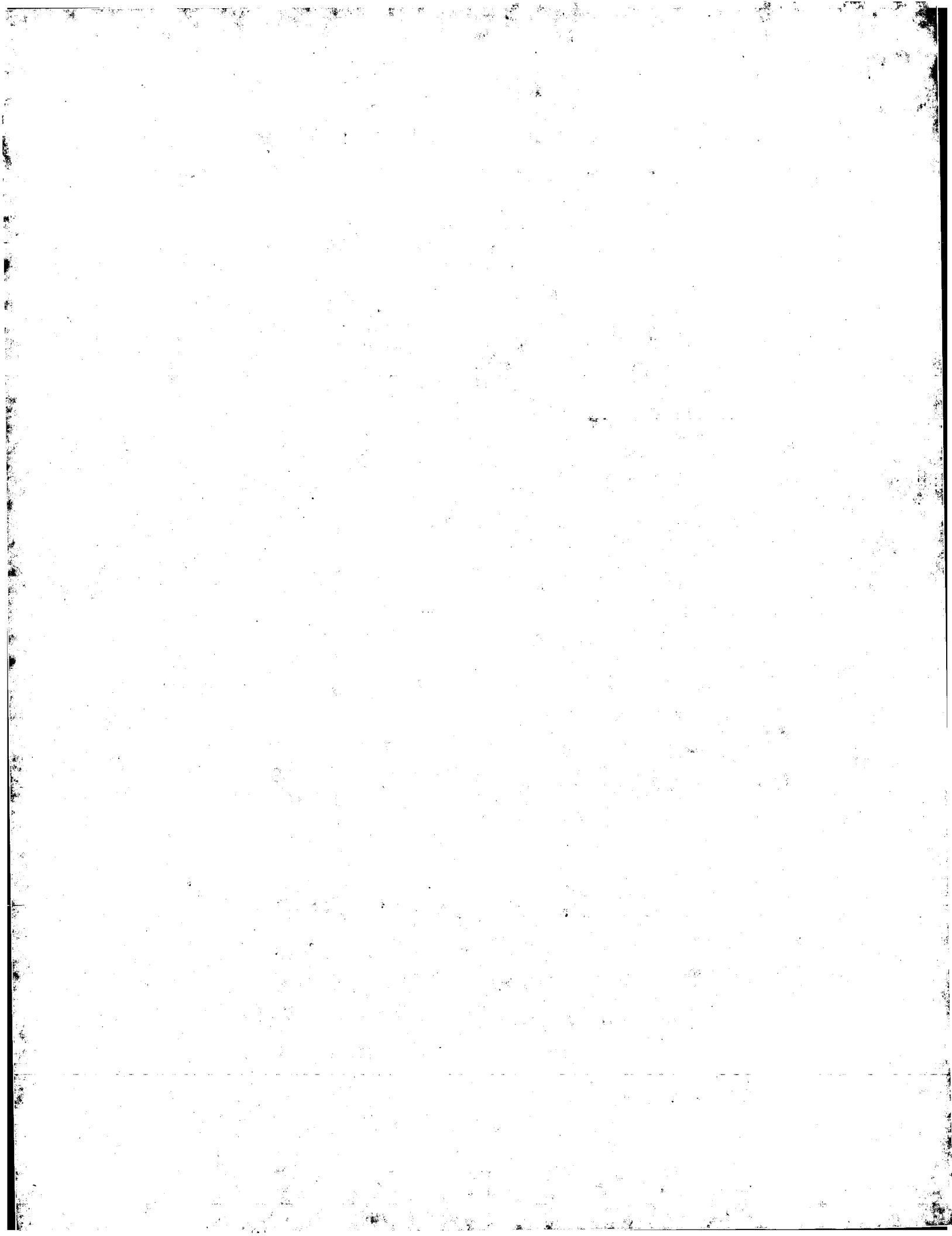
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-265208

(43)Date of publication of application : 06.10.1998

(51)Int.Cl.

C01B 31/02
D01F 9/127

(21)Application number : 09-087518

(71)Applicant : FINE CERAMICS CENTER

(22)Date of filing : 21.03.1997

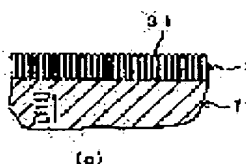
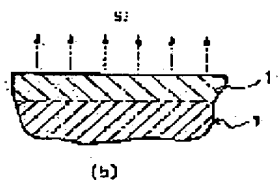
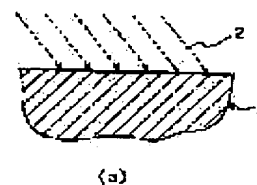
(72)Inventor : KUSUNOKI MICHIKO

(54) PRODUCTION OF CARBON NANOTUBE AND CARBON NANOTUBE FILM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a new producing method of a novel carbon nanotube and a carbon nanotube film composed of many numbers of the carbon nanotubes oriented in a film thickness direction.

SOLUTION: A carbon nanotube 31 is formed on a SiC 1 of a part 11, where a silicon atom is removed by heating the SiC 1 under a vacuum. The carbon nanotube 31 having high purity is produced at a high yield by this method. Moreover since the carbon nanotube 31 formed by the method has a tendency to orient in the perpendicular direction to the surface of SiC crystal, a high oriented nanotube film 3 composed of the carbon nanotubes is obtained. The nanotube film 3 with a large area is easily produced by this method.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

27.03.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3183845

[Date of registration]

27.04.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-265208

(43) 公開日 平成10年(1998)10月6日

(51) Int.Cl.⁶

C 0 1 B 31/02

D 0 1 F 9/127

識別記号

1 0 1

F I

C 0 1 B 31/02

D 0 1 F 9/127

1 0 1 Z

審査請求 有 請求項の数7 F D (全 13 頁)

(21) 出願番号

特願平9-87518

(22) 出願日

平成9年(1997)3月21日

(71) 出願人 000173522

財団法人ファインセラミックスセンター

愛知県名古屋市中熱田区六野2丁目4番1号

(72) 発明者 楠 美智子

愛知県名古屋市中熱田区六野二丁目4番1号

財団法人ファインセラミックスセンター

内

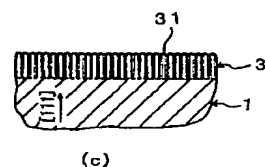
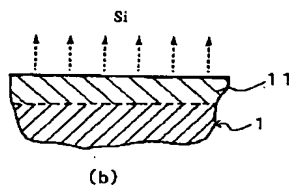
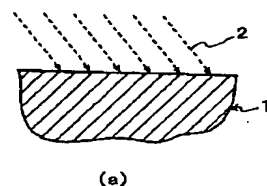
(74) 代理人 弁理士 小島 清路

(54) 【発明の名称】 カーボンナノチューブ及びカーボンナノチューブ膜の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 カーボンナノチューブの新規な製造方法、及び、膜の厚み方向に配向した多数本のカーボンナノチューブからなるナノチューブ膜の製造方法を提供する。

【解決手段】 真空下でSiCを加熱して該SiCから珪素原子を除去することにより、珪素原子が除去された部分の上記SiCにカーボンナノチューブが形成される。この方法によると、カーボンナノチューブを高収率で且つ純度良く製造することができる。また、この方法により形成されたカーボンナノチューブはSiC結晶の表面に対して垂直に配向する傾向があるので、上記カーボンナノチューブからなる高配向のナノチューブ膜を得ることができる。この方法によると、大面積のナノチューブ膜を容易に製造可能である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 真空下においてSiCを加熱することにより該SiCから珪素原子を除去することを特徴とするカーボンナノチューブの製造方法。

【請求項2】 上記真空の真空度は $10^{-4} \sim 10^{-10}$ Torrである請求項1記載のカーボンナノチューブの製造方法。

【請求項3】 上記加熱の温度は $1200 \sim 2200^{\circ}\text{C}$ である請求項1又は2記載のカーボンナノチューブの製造方法。

【請求項4】 膜の厚み方向に延びるように配向した多数本のカーボンナノチューブからなるカーボンナノチューブ膜を製造する方法であって、真空下においてSiCを加熱することにより該SiCから珪素原子を除去することを特徴とするカーボンナノチューブ膜の製造方法。

【請求項5】 上記真空の真空度は $10^{-5} \sim 10^{-9}$ Torrである請求項4記載のカーボンナノチューブ膜の製造方法。

【請求項6】 上記加熱の温度は $1400 \sim 2000^{\circ}\text{C}$ である請求項4又は5記載のカーボンナノチューブ膜の製造方法。

【請求項7】 基板の表面にSiC単結晶膜を形成し、次いで真空下において該SiC単結晶膜を加熱することにより該SiC単結晶膜から珪素原子を除去して、該SiC単結晶膜の厚み方向に延びるように配向した多数本のカーボンナノチューブからなるカーボンナノチューブ膜を形成することすることを特徴とするカーボンナノチューブ膜の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、カーボンナノチューブの製造方法、及び、厚み方向によく配向した多数本のカーボンナノチューブからなるカーボンナノチューブ膜の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 カーボンナノチューブは、グラファイト膜を丸めた円筒が複数個入れ子になったものである。従来、このカーボンナノチューブを製造する方法としては、不活性ガス雰囲気下において原料であるアモルファスカーボンにアーク放電又はレーザ照射等を行って炭素を蒸発させ、蒸発した炭素を炭素棒上等に凝縮（再結合）させることにより、上記炭素棒上等にカーボンナノチューブを成長させる方法が一般的である。

【0003】 上記製造方法によると、炭素棒上等にはカーボンナノチューブとともにアモルファスカーボン、グラファイト及びフラーレンが形成される。そこで、カーボンナノチューブの収率又は収量を増すため、或いはカーボンナノチューブの生産性を向上させるための製造方法が提案されている。例えば、特許第2546511号

公報に記載の高周波プラズマを用いたフラーレン及びカーボンナノチューブの合成方法、特開平6-280116号公報に記載の特定の圧力範囲でアーク放電を行うカーボンナノチューブの製造方法等が挙げられる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、上記製造方法ではいずれも炭素蒸気の凝縮再結合によりカーボンナノチューブを形成させているので、沸点の極めて高い炭素を蒸発させるために 3000°C 近い高温を加える必要がある。このような厳しい条件下で製造するため、カーボンナノチューブ以外の生成物がある程度以下に抑えることは困難であった。また、炭素蒸気からカーボンナノチューブを成長させる従来の方法によると、カーボンナノチューブの外周等に芽のように付着したカーボンナノカプセルが生じやすいという問題があった。

【0005】 一方、膜の厚み方向に延びるようによく配向した多数本のカーボンナノチューブからなる「カーボンナノチューブ膜」が得られれば、エレクトロニクス分野及び物質分離膜の分野等においてカーボンナノチューブの新たな用途が開けると期待されている。しかし、上記製造方法によるとカーボンナノチューブの成長方向を制御することは困難であり、特にある方向によく配向した多数本のカーボンナノチューブからなる膜を得ることは実質的に不可能であった。

【0006】 本発明の目的は、カーボンナノチューブの新規な製造方法を提供することにある。また、本発明の他の目的は、ある方向によく配向した多数本のカーボンナノチューブからなる膜（以下、「ナノチューブ膜」という。）の製造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】 SiC結晶を真空下で加熱すると、例えば真空度が 10^{-7} Torr程度の場合には加熱温度が 1400°C 程度以上になると、SiCが分解してこのSiC結晶から珪素原子が失われるという現象が知られていた。このとき、珪素原子はSiC結晶の表面側から順に失われるため、まずSiC結晶の表面が珪素原子の欠乏した層、即ち残された炭素原子のみからなる層（以下、「Si除去層」という。）に変化し、このSi除去層が次第に元のSiC結晶の内部に浸透するように厚みを増す。従来、上記Si除去層を構成する炭素原子はアモルファス状態であると考えられていた。

【0008】 ところが本発明者らは、上記Si除去層を透過型電子顕微鏡（以下、「TEM」という。）により観察したところ、全く意外にも、このSi除去層を構成する炭素原子がカーボンナノチューブを構成していることを初めて見出したのである。更に本発明者らは、SiCを真空下で加熱することにより、一定方向によく配向されたカーボンナノチューブからなるナノチューブ膜が得られることを見出して、本発明を完成した。

【0009】 即ち、請求項1記載のカーボンナノチュー

ブの製造方法は、真空中においてSiCを加熱することにより該SiCから珪素原子を除去することを特徴とする。

【0010】本発明の製造方法では、SiC結晶中から珪素原子を除去可能な限りにおいて、真空度及び加熱温度は特に限定されることなくカーボンナノチューブを形成することができる。好ましい真空度は、請求項2に記載の $10^{-4} \sim 10^{-10}$ Torr（より好ましくは $10^{-5} \sim 10^{-9}$ Torr）の範囲であり、また、好ましい加熱温度は、請求項3に記載の $1200 \sim 2200^{\circ}\text{C}$ （より好ましくは $1400 \sim 2000^{\circ}\text{C}$ ）の範囲である。加熱温度又は真空度が高すぎると、形成されたカーボンナノチューブ同士が食い合うことにより一部のチューブが他を吸収して大きく成長する場合があります、このためカーボンナノチューブのサイズを制御しにくくなるので好ましくない。

【0011】カーボンナノチューブの製造に用いる上記SiCは、 α -SiC、 β -SiC及びこれらの混合物のいずれであってもよい。また、このSiCは、真空中の加熱により珪素原子が除去される段階において、 α -SiC、 β -SiC及びこれらの混合物のいずれの状態であってもよい。

【0012】本発明の製造方法によると、珪素原子の除去が進行するにつれて、SiC結晶の表面から次第に中央部までSi除去層が形成されるとともに、この部分にカーボンナノチューブが形成される。原料として用いたSiC結晶の全体にわたってカーボンナノチューブを形成することも可能である。但し、Si除去層の厚みが大きくなりすぎると珪素原子の除去速度が遅くなるので製造効率が低下し、また珪素原子の除去速度を上げるために加熱温度又は真空度を高くしすぎるとカーボンナノチューブのサイズ制御が困難となる。このため、珪素原子の除去終了時におけるSi除去層の厚みは $0.5 \mu\text{m}$ 以下とすることが好ましく、 $0.2 \mu\text{m}$ 以下とすることが更に好ましい。

【0013】請求項1記載のカーボンナノチューブの製造方法によると、カーボンナノカプセルの付着が防止されたカーボンナノチューブが得られる。また、TEMにより観察される限りにおいて、Si除去層にはカーボンナノチューブ以外の副生成物、即ちアモルファスカーボン、グラファイト及びフラーレン等はみられなかった。従って、本発明の製造方法によると、カーボンナノチューブを非常に高収率で純度良く得ることができる。更に、従来の方法に比べて低温で製造できるのでエネルギー効率に優れる。

【0014】得られたカーボンナノチューブは、従来の製造方法により得られたものと同様の各種用途に使用することができる。この用途の例としては、吸着剤、強靱な構造材等が挙げられる。また、このカーボンナノチューブを更に加工することができ、例えばカーボンナノチ

ューブの先端を開口させたり、次いで開口部からカーボンナノチューブ内に炭素以外の物質を導入したり、或いはカーボンナノチューブに官能基を導入したりすることができる。このように加工したカーボンナノチューブは、量子細線等に利用可能である。尚、カーボンナノチューブの先端を開口させる方法及び開口部から異物質を導入する方法については特開平6-227806号公報等に、またカーボンナノチューブに官能基を導入する方法については特開平8-12310号公報等に記載されている。

【0015】本発明のカーボンナノチューブの製造方法の大きな特長は、「ナノチューブ膜」を製造可能な点にある。即ち、請求項4記載のナノチューブ膜の製造方法は、膜の厚み方向に延びるように配向した多数本のカーボンナノチューブからなるナノチューブ膜を製造する方法であって、真空中においてSiCを加熱することにより該SiCから珪素原子を除去することを特徴とする。

【0016】上記製造方法によると、例えば、ナノチューブ膜を構成するカーボンナノチューブの50%以上（より好ましくは70%以上）が、このナノチューブ膜の厚み方向に対して 45° 以下（より好ましくは 30° 以下、更に好ましくは 15° 以下）の角度をなす方向に延びるナノチューブ膜を得ることができる。

【0017】SiC結晶中から珪素原子を除去する際の真空度及び加熱温度は、請求項5に記載のように真空度を $10^{-5} \sim 10^{-9}$ Torr（より好ましくは $10^{-6} \sim 10^{-8}$ Torr）の範囲とすることが好ましく、また、請求項6記載のように加熱温度を $1400 \sim 2000^{\circ}\text{C}$ の範囲とすることが好ましい。加熱温度又は真空度が上記範囲よりも高い場合には、SiC結晶から珪素原子が失われる速度が大きいため、ナノチューブ膜を構成するカーボンナノチューブの配向が乱れやすい。また、加熱温度が高すぎると、形成されたカーボンナノチューブ同士が食い合うことにより一部のチューブが他を吸収して大きく成長する場合があります、このためカーボンナノチューブの配向性及びチューブサイズの均一性が損なわれたり、チューブサイズを制御しにくくなったりするので好ましくない。

【0018】本発明の製造方法によると、原料として用いるSiC結晶の全ての面にナノチューブ膜を形成することが可能である。各面に形成されたナノチューブ膜中において、このナノチューブ膜を構成するカーボンナノチューブは、SiC結晶の各面に垂直な方向に配向される傾向がある。配向性の良いナノチューブ膜を得やすい面としては、 α -SiCの場合には(0001)面、 β -SiCの場合には(111)面である。これらの面には、それぞれ[0001]方向及び[111]方向に高配向されたカーボンナノチューブ膜を形成することができる。このうち、特に配向性の良い面は β -SiCの(111)面である。

【0019】但し、SiC結晶粒子の中央部においては結晶面とカーボンナノチューブの配向方向との対応関係が不明瞭となり、カーボンナノチューブの配向性が低下する。従って、配向性の良いナノチューブ膜を得るためには、これをSiC結晶の表面近傍に生成させることが好ましい。例えば、SiC結晶が一辺2.0 μ mの立方体状の β -SiCである場合には、ナノチューブ膜の厚さが0.5 μ m以下（より好ましくは0.2 μ m以下）である場合に高配向の膜を得やすい。但し、平板状のSiC結晶がSiガス不透性の基板上に形成されている場合のように、珪素原子が主に結晶の一面側から除去される場合にはこの限りではない。

【0020】ここで、本発明の製造方法により β -SiCの(111)面にナノチューブ膜が形成される様子を、図1を用いて説明する。図1(a)に示すように、例えば真空度 10^{-7} において、レーザビーム照射等の手段により β -SiCを例えば1400℃に加熱すると、図1(b)に示すように、このSiC粒子からSiが気相中に抜け出すことにより、SiC粒子の表面近傍にSi除去層が形成される。このとき、図1(c)に示すように、このSi除去層には[111]方向に高配向したカーボンナノチューブが密に形成される。

【0021】請求項4記載のナノチューブ膜の製造方法によると、膜の厚み方向に良く配向した多数本のカーボンナノチューブからなるナノチューブ膜が得られる。このナノチューブ膜は、例えば膜の厚み方向にはある程度の導電性を有するが膜の面方向には殆ど導電性を有しない性質を利用して、量子効果を利用したデバイス等として利用可能である。その他の用途としては、トランジスタのエミッタ等が挙げられる。

【0022】また、ナノチューブ膜を構成する各チューブの先端を開口させれば、極めて微小な多数の通路が膜の厚み方向に延びた「ナノパイプ膜」が形成される。このナノパイプ膜は優れた物質分離膜として機能し得る。このような物質分離膜においては、物質流通時の抵抗を減らすために、上記通路の向きはできるだけ揃っていることが好ましい。本発明の製造方法によると高配向のナノチューブ膜が得られるため、これから形成される高配向のナノパイプ膜は物質分離膜としての用途に好適である。更に、ナノパイプ膜に官能基を導入してもよく、これにより例えば物質分離特性を調節することができる。

【0023】更に、請求項4記載の製造方法によると、従来に比べて大面積のナノチューブ膜を得ることができる。請求項7記載の製造方法は、このような大面積のナノチューブ膜を製造可能な方法の一例を示すものであって、基板の表面にSiC単結晶膜を形成し、次いで真空中において該SiC単結晶膜を加熱することにより該SiC単結晶膜から珪素原子を除去して、該SiC単結晶膜の少なくとも表面側の一部厚さに、該SiC単結晶膜の厚み方向に延びるように配向した多数本のカーボンナ

ノチューブからなるナノチューブ膜を形成することすることを特徴とする。上記「基板」の材質としては、例えばSi単結晶を使用することができる。

【0024】具体的には、例えば化学気相蒸着法（以下、「CVD法」という。）により、Si(111)単結晶からなる基板の上にSiC単結晶の膜を形成する。得られたSiC単結晶膜は、表面側（即ち、反基板側面）が(111)面となる。次いで、真空中の加熱によってまずSiC単結晶膜に比べて酸化されやすい上記基板の一部又は全部をSi₂Oとして除去した後、残されたSiC単結晶膜を更に加熱すると、SiC単結晶膜中の珪素原子が(111)面側から除去されて、このSiC単結晶膜の少なくとも表面側の一部厚さに、[111]方向に高配向されたカーボンナノチューブからなるナノチューブ膜が得られる。また、SiC単結晶膜の厚み全体にわたって、即ち表面側から基板側まで、[111]方向に延びるカーボンナノチューブを形成することも可能である。尚、この方法によって高配向のナノチューブ膜を得るためには、ナノチューブ膜の厚さを0.5 μ m以下（より好ましくは0.2 μ m以下）とすることが好ましい。

【0025】CVD法によって基板上にSiC単結晶の膜を形成することは既に公知であり、比較的大面積のSiC単結晶膜を形成する技術も知られている。また、炭素蒸気の凝縮によりカーボンナノチューブを成長させる従来技術では3000℃近い高温が必要となるためアーク放電やレーザ等の加熱手段を用いるので広い範囲を均一に加熱することは困難であったが、本発明の製造方法によると2000℃以下の加熱温度で足りるので、通常

の加熱炉等を使用して大面積のSiC単結晶膜全体を比較的均一に加熱することができる。従って、本発明の製造方法は、従来困難であった大面積のナノチューブ膜の製造方法として有用である。また、実用的な物質分離膜としては3cm²以上、好ましくは5cm²以上の面積をもつことが要求されるので、大面積化が可能な本発明の製造方法は物質分離膜用のナノチューブ膜の製造方法として好適である。

【0026】尚、本発明の製造方法において、従来の方法に比べて著しく穏やかな条件でしかも効率良くカーボンナノチューブを製造することができる理由、及びカーボンナノチューブがよく配向されたナノチューブ膜が得られる理由は必ずしも明らかではないが、炭素蒸気からカーボンナノチューブを成長させる場合とは異なり、SiC結晶中においてはカーボンナノチューブを構成するグラファイトがエピタキシャル的に成長するためではないかと推察される。SiC結晶の方位により配向性が異なる傾向がみられることは上記の推察を裏付けており、SiCの結晶構造をある程度受け継いでカーボンナノチューブが生成すると考えられる。

【発明の実施の形態】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明する。試料としては、1650℃×30分の条件で軽く焼結されたSiC焼結体を、縦3mm×横5mm×厚さ0.1mmにカットしたものをを用いた。このSiC焼結体は主にβ-SiCからなり、一部α-SiCへの移行過程にある。試料加熱装置を備えたTEM（日本電子株式会社製、機種名「JEOL-4000FX」、加速電圧400kV）により、上記試料を加熱しながら観察した。上記試料加熱装置とは、連続発振されたYAGレーザビームを光ファイバーにより電子顕微鏡内まで伝送して試料上に集光させ、これにより試料を電子顕微鏡内で加熱するものである。YAGレーザビームは、上記試料のほぼ中央部にφ0.2~0.3mmの面積で照射した。尚、温度の測定は、高温に加熱された試料から放出される輻射エネルギーをファイバー光学系を利用して検出器に導くことにより非接触で行った。

【0028】図2は、真空度10⁻⁷Torrにおいて、昇温速度80℃/秒にて試料を1400℃まで加熱し、この温度で3分間保持したときに、レーザビームの照射範囲内であってその中心から少し外れた場所で観察されたβ-SiC結晶粒子である。粒子の表面近傍には、約0.1μmの厚さにわたってSiC除去層が形成されていることが判る。このSiC除去層において珪素原子の除去によるカーボン化が起こっていることは、EDS（エネルギー分散型X線分析法）、EF-TEM（エネルギーフィルタリング透過電子顕微鏡）観察及び電子回折像の結果から確認された。尚、図2中の番号1~4は上記粒子の各面を指しており、面1はβ-SiCの（111）面に相当する。図2において、SiC除去層には主として層の厚み方向に延びる繊維状の構造がみられる。図3は、図2に示す面1の表面の一部を高解能で観察したものであり、上記「繊維状構造」はカーボンナノチューブが層の厚み方向に密に配向したものであることが判る。

【0029】図4~図7は図2に示す粒子の面1~4をそれぞれ拡大したものであり、いずれの面においても、ほぼ均一な長さのカーボンナノチューブが厚み方向に配向されたナノチューブ膜が形成されていることが判る。図4に示すように、面1においてはカーボンナノチューブの配向性が特に良好である。

【0030】図8~図10は、上記の条件により1400℃まで加熱した試料を、真空度10⁻⁷Torrにおいて更に1600℃まで加熱したものである。試料温度の上昇にともない、一旦形成されたカーボンナノチューブ同士が食い合ってその一部が更に大きく成長する様子が観察された。また、図8~図10から、この成長したチューブは中空で先端が閉じた構造を有することがはっきりと判る。

【0031】また、図9及び図10では高温のためSiC粒子の全体がカーボンナノチューブ化しており、粒子

内部の乱れたカーボンが供給源となってナノチューブ化が進んでいると考えられる。

【0032】ここで、図2~図10はいずれも加熱用のYAGレーザビームが照射された部分を観察したものであるが、レーザ照射範囲外であって熱伝導により試料が加熱された部分においてもカーボンナノチューブの生成が観察された。従って、レーザ照射以外の加熱手段を用いても、試料が所定の温度まで加熱されればカーボンナノチューブが生成すると考えられる。また、加熱下の観察では試料に電子線が照射されているが、加熱終了後に観察した別の箇所にもカーボンナノチューブが形成されていたことから、カーボンナノチューブの生成に電子線の照射は必要ないと考えられる。

【0033】尚、本発明においては、前記具体的実施例に示すものに限られず、目的、用途に応じて本発明の範囲内で種々変更した実施例とすることができる。

【0034】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のカーボンナノチューブの製造方法によれば、従来とは全く異なる方法、即ちSiCから珪素原子を除去する方法により、カーボンナノチューブを高収率で且つ純度良く得ることができる。また、本発明のナノチューブ膜の製造方法によると、従来は製造が困難であったナノチューブ膜を容易に製造することができる。しかも、この方法によれば比較的大面積のナノチューブ膜を得ることも可能である。従って、本発明のカーボンナノチューブの製造方法及びナノチューブ膜の製造方法は、エレクトロニクス分野、物質分離膜の分野等において極めて有用である。

【図面の簡単な説明】

【図1】（a）~（c）は、本発明の方法によりナノチューブ膜が生成する様子を示す模式図である。

【図2】本発明の方法により製造されたナノチューブ膜を有するSiC粒子の結晶構造を表すTEM写真である。

【図3】図2に示すナノチューブ膜の表面近傍の結晶構造を表すTEM写真である。

【図4】図2に示すSiC粒子の面1に形成されたナノチューブ膜の結晶構造を表すTEM写真である。

【図5】図2に示すSiC粒子の面2に形成されたナノチューブ膜の結晶構造を表すTEM写真である。

【図6】図2に示すSiC粒子の面3に形成されたナノチューブ膜の結晶構造を表すTEM写真である。

【図7】図2に示すSiC粒子の面4に形成されたナノチューブ膜の結晶構造を表すTEM写真である。

【図8】図2に示す試料を更に加熱した際の、SiC粒子の表面近傍の結晶構造を表すTEM写真である。

【図9】図2に示す試料を更に加熱した際の、SiC粒子の表面近傍の結晶構造を表すTEM写真である。

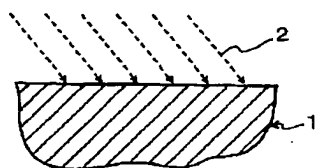
【図10】図2に示す試料を更に加熱した際の、SiC粒子の表面近傍の結晶構造を表すTEM写真である。

【符号の説明】

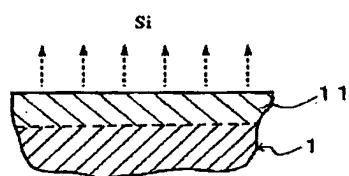
1 β -SiC
 11 Si除去層

2 レーザビーム
 3 ナノチューブ膜
 31 カーボンナノチューブ

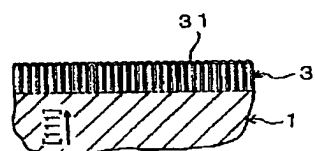
【図1】



(a)



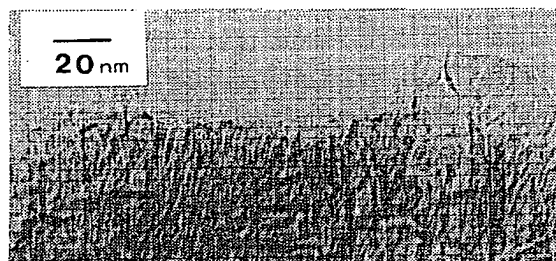
(b)



(c)

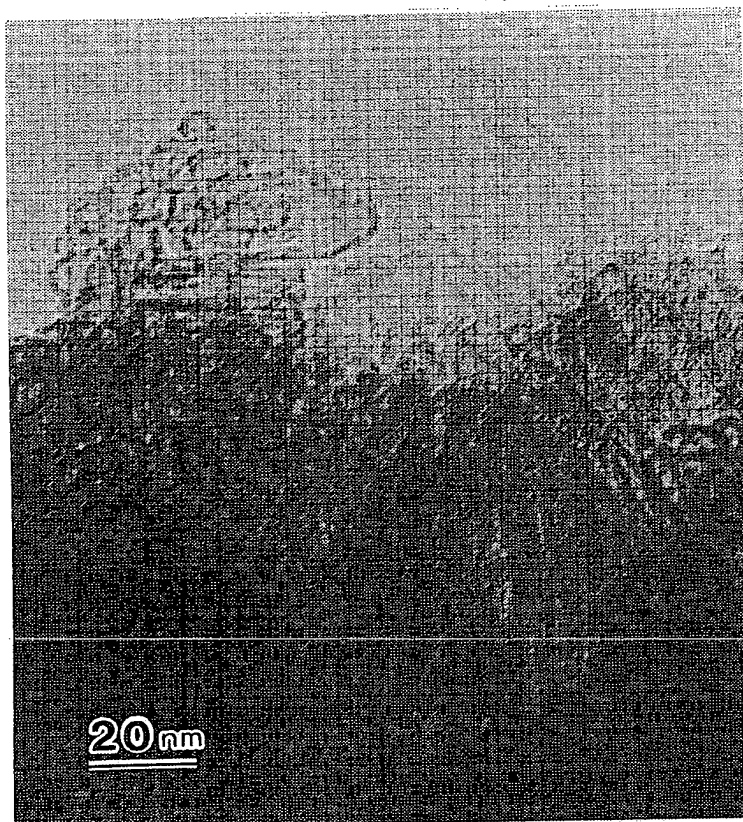
【図3】

図面代用写真

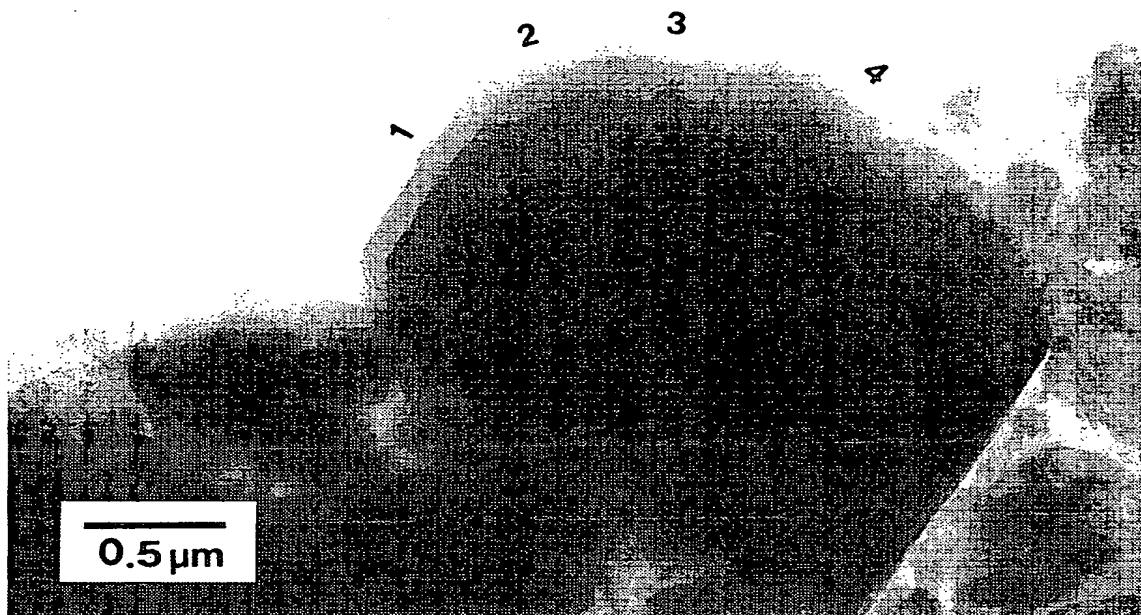


【図8】

図面代用写真

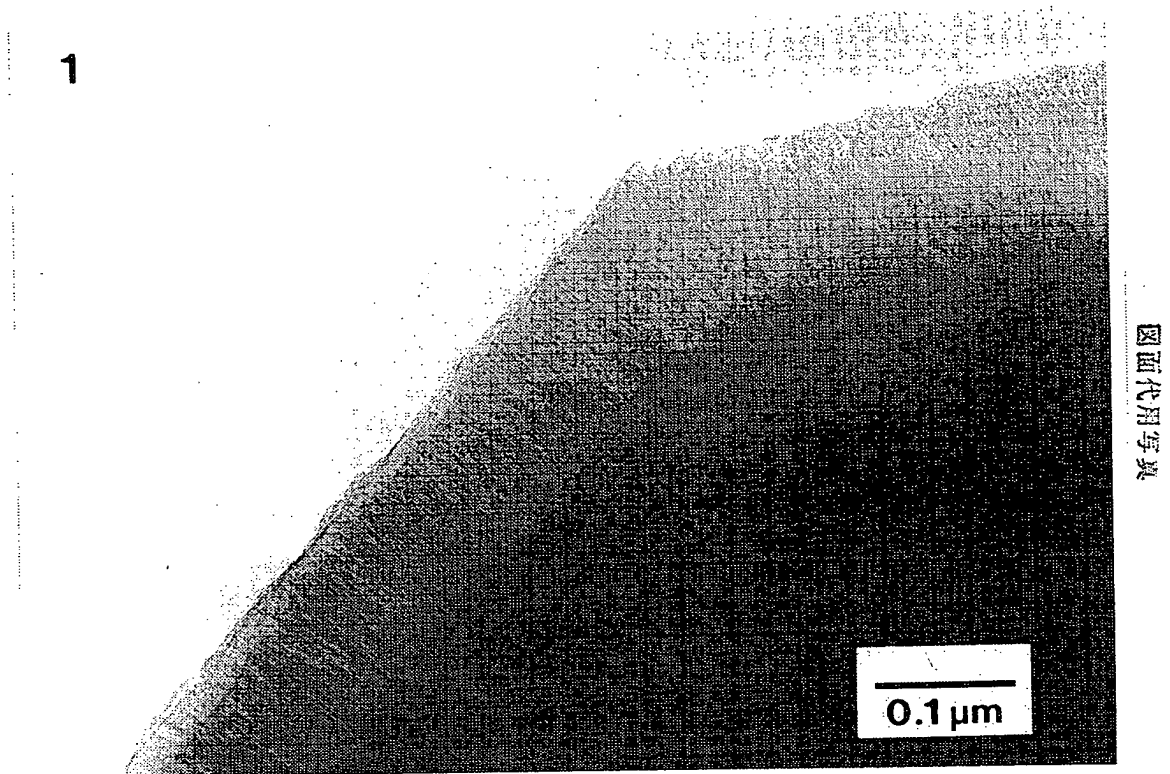


【図2】

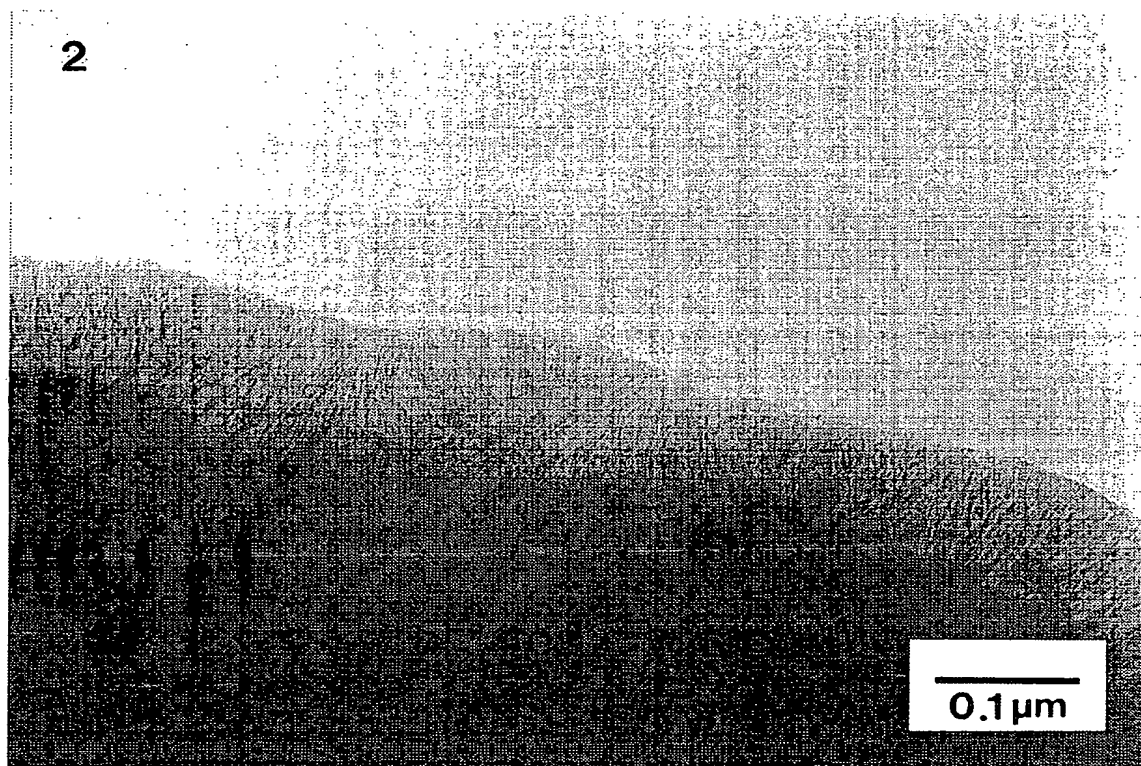


表面代用写真

【図4】

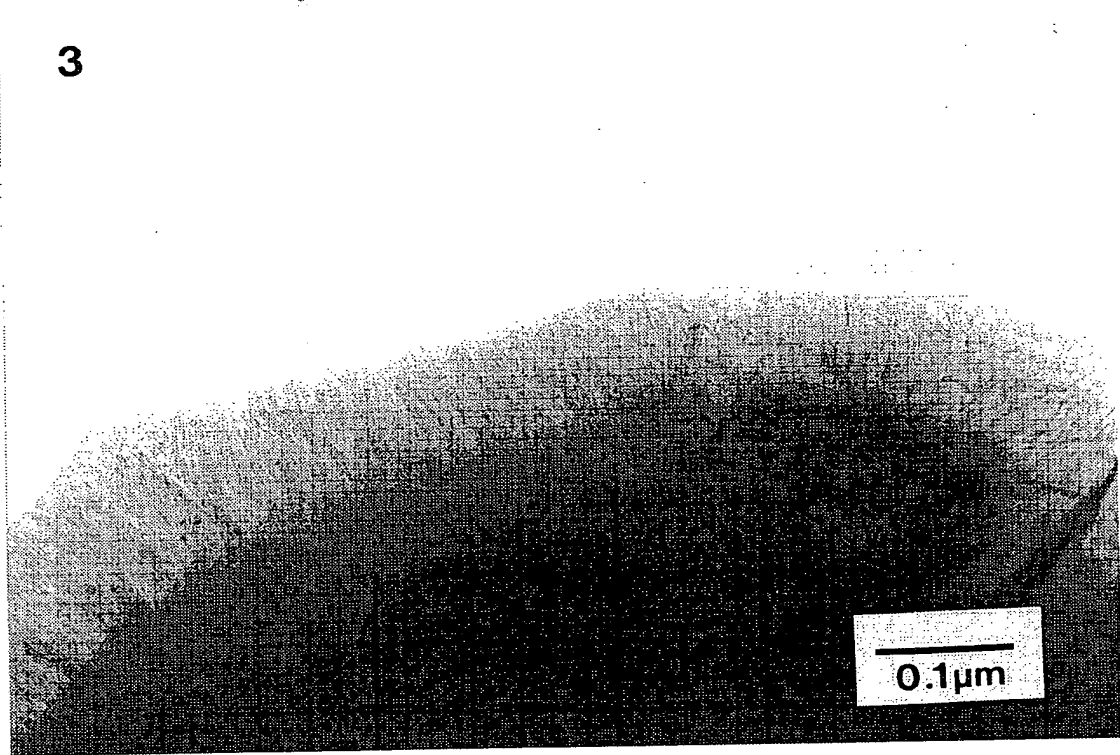


【図5】



図面代用写真

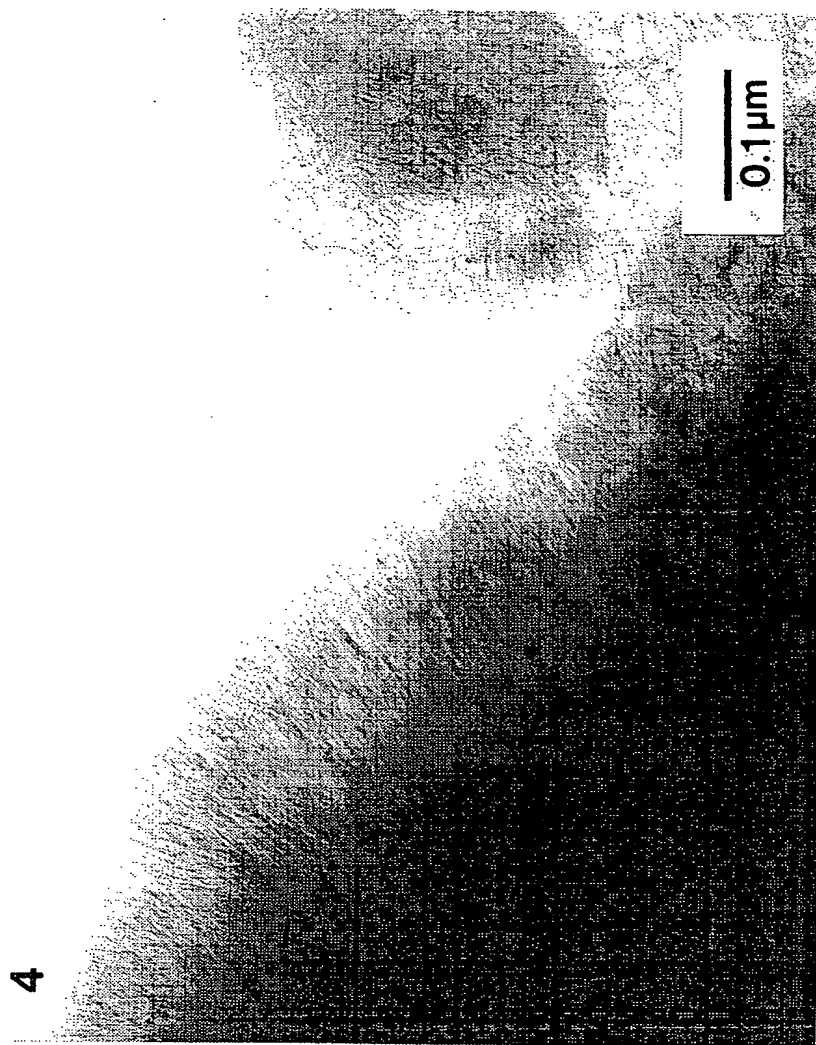
【図6】



図面代用写真

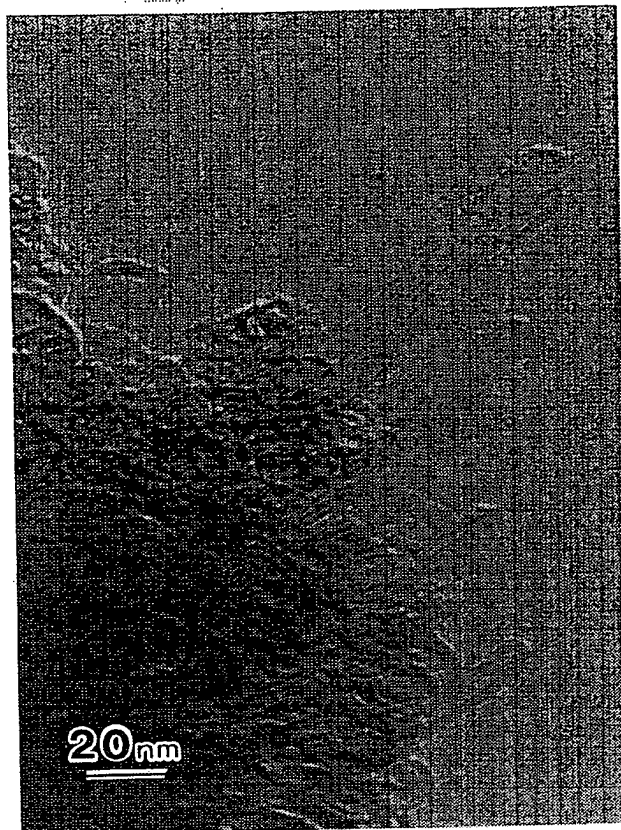
【図7】

図面代用写真



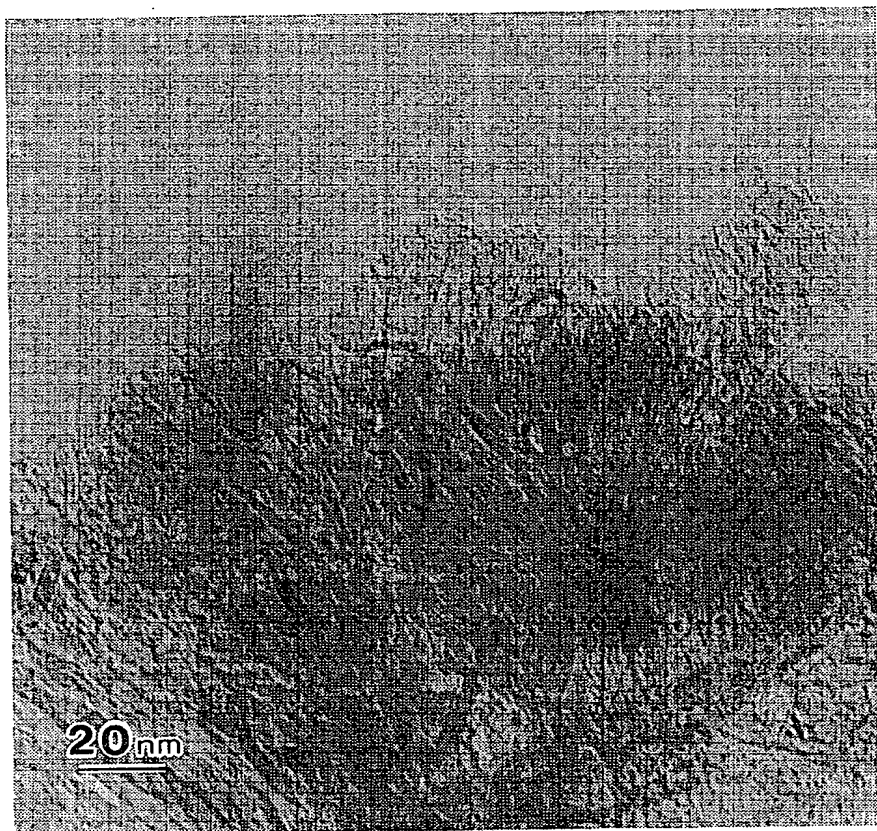
【図 9】

図面代用写真



【図10】

図面代用写真



THIS PAGE BLANK (USPTO)